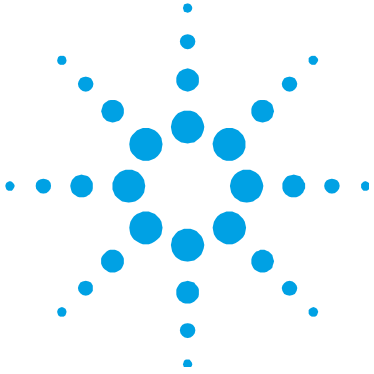


FTIR Agilent
série 4500

Manual de operação

Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2008–2012

Nenhuma parte deste manual pode ser reproduzida de qualquer forma ou por qualquer meio (incluindo armazenamento eletrônico e recuperação ou tradução para um outro idioma) sem o consentimento prévio, por escrito, da Agilent Technologies, Inc. como regido pelas leis de direitos autorais dos EUA e de outros países.

Código do manual

0021-401

Edição

Quinta Edição, março de 2012

Impresso nos EUA

Agilent Technologies, Inc.

Errata

AVISO: Este documento contém referências à A2 Technologies.
A A2 Technologies agora faz parte da Agilent Technologies. Para mais informações, acesse www.agilent.com

Garantia

O material deste documento é fornecido "como está" e está sujeito a alterações sem aviso prévio em edições futuras. Além disso, até onde permitido pelas leis vigentes, a Agilent se isenta de qualquer garantia, seja expressa ou implícita, relacionada a este manual e às informações aqui contidas, incluindo as garantias implícitas de comercialização e adequação a um propósito em particular, mas não se limitando a estas. A Agilent não deve ser responsabilizada por erros ou por danos incidentais ou consequentes relacionados ao suprimento, uso ou desempenho deste documento ou das informações aqui contidas. Caso a Agilent e o usuário tenham um outro acordo por escrito com termos de garantia que cubram o material deste documento e sejam conflitantes com estes termos, devem prevalecer os termos de garantia do acordo em separado.

Licenças de tecnologia

O hardware e/ou o software descritos neste documento são fornecidos com uma licença e podem ser usados ou copiados apenas em conformidade com os termos de tal licença.

Legenda sobre direitos restritos

Se o software for usado no cumprimento de um contrato ou subcontrato com o governo dos EUA, ele será fornecido e licenciado como "software para computador comercial", conforme definido na DFAR 252.227-7014 (junho de 1995); como um "item comercial", conforme definido na FAR 2.101 (a); ou como "software de computador restrito", conforme definido na FAR 52.227-19 (junho de 1987) ou em qualquer regulamentação de órgão equivalente ou cláusula contratual. O uso, a duplicação ou a divulgação do software estão sujeitos aos termos-padrão da licença comercial da Agilent Technologies; os Departamentos e os Órgãos do governo dos EUA que não os de Defesa não receberão direitos restritos além dos definidos na FAR 52.227-19 (c)(1-2) (junho de 1987). Usuários do governo dos EUA não receberão direitos limitados além dos definidos na FAR 52.227-14 (junho de 1987) ou na DFAR 252.227-7015 (b)(2) (novembro de 1995), conforme aplicável em qualquer dado técnico.

Avisos de segurança

CUIDADO

CUIDADO indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não forem corretamente realizados ou cumpridos, podem resultar em avarias no produto ou perda de dados importantes. Não prossiga após um aviso de **CUIDADO** até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

AVISO

AVISO indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não forem corretamente realizados ou cumpridos, podem resultar em ferimentos pessoais ou morte. Não prossiga após um AVISO até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

Índice

1. Introdução 5

2. Noções básicas 7

Desembalar 7

Lista de embalagem do FTIR Agilent 4500t 8

Lista de embalagem do FTIR Agilent 4500a 8

Lista de embalagem do FTIR Agilent DialPath 4500 9

Conectar a alimentação 10

Seleção do cabo de alimentação 13

Ligar o instrumento 14

Status de LED do botão Liga/Desliga 14

Inicializar o software 15

Fazer logon no MicroLab Mobile pela primeira vez 15

Verificação de desempenho 16

Valores de diagnóstico 17

Validação de desempenho 19

3. Analisar amostras 21

Amostras de lubrificantes com o FTIR Agilent 4500t 21

Limpar o acessório TumblIR 23

Coletar um espectro de fundo 24

Medir uma amostra 24

FTIR Agilent 4500a com TumblIR 26

Limpar o acessório 27

Coletar um espectro de fundo 28

Medir uma amostra de líquido 29

FTIR Agilent 4500a com ATR 31

Limpar o acessório 35

Coletar um espectro de fundo 35

Coletar um espectro de amostra 36

Acessório ATR de célula de fluxo de nove reflexões 38

FTIR Agilent 4500a com célula de gás 43

Configuração inicial 44

FTIR Agilent 4500 DialPath 47

Limpar o acessório DialPath 49

Coletar um espectro de fundo 51

Medir uma amostra de líquido 51

4. Peças sobressalentes 55

5. Especificações e informações de segurança 57

Especificações 57

Informações de segurança 58

Compatibilidade eletromagnética 58

1. Introdução

Os instrumentos FTIR Agilent série 4500 são plataformas de espectrômetro de região de infravermelho intermediário pequenas e especialmente desenhadas para análises químicas portáteis e no local fora do ambiente do laboratório. Os sistemas são pequenos (21,6 x 29,2 x 19,1 cm; 8,5 x 11,5 x 7,5 pol.), leves (6,8 kg; 15 lb.) e protegidos por um invólucro resistente à água e apropriado para uso externo. Incluem, como padrão, uma bateria com energia para operação de até 4 horas ou então podem ser operados com energia CA 110/220 volt para uso prolongado.

AVISO

Perigo de fogo

Os sistemas FTIR série 4500 NÃO são intrinsecamente seguros. Utilize o sistema apenas em atmosferas que foram testadas para materiais inflamáveis. Se o equipamento for usado de uma forma não especificada neste manual, a proteção por ele fornecida poderá ficar comprometida.

Os instrumentos FTIR série 4500 utilizam uma tecnologia conhecida como espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), uma técnica de ponta para identificação e quantificação de composto molecular. A FTIR usa uma fonte de luz de infravermelho (IR) para atravessar a amostra até um detector, o que mede precisamente a quantidade de luz absorvida pela amostra. Esta absorção cria uma impressão espectral, a qual é utilizada para identificar a estrutura molecular da amostra e determinar a quantidade exata de um determinado composto em uma mistura.

O núcleo do sistema de espectrômetro FTIR Agilent é um interferômetro de Michelson patenteado, o qual está montado em mecanismos amortecedores que protegem os componentes contra choques e vibrações no campo. Este design patenteado é a chave para transformar de forma bem-sucedida a tecnologia FTIR em algo compacto, leve, robusto e que pode ser usado em campo.

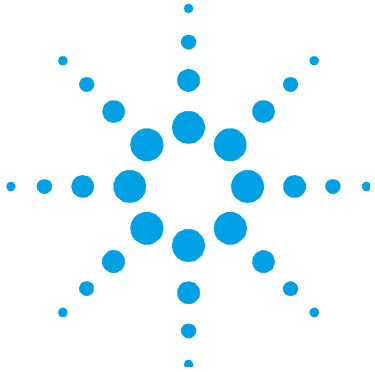
O sistema FTIR 4500a está disponível com várias configuração diferentes de amostragem, de modo a acomodar a análise de uma série de líquidos, pós, gases, pastas e géis. A utilização ideal das várias configurações do sistema FTIR 4500a é da seguinte maneira:

- **Sistema de célula de gás FTIR Agilent 4500a:** Para a análise química de amostras de gás em condições ambiente.
- **Sistema FTIR TumbllR Agilent 4500a:** Para a rápida análise química de líquidos em condições ambiente.
- **Sistema FTIR ATR Agilent 4500a:** Para a análise química de líquidos, pós, pastas e géis. O sistema de refletância total atenuada (ATR) está disponível em versões de reflexão única (mais comum), três e nove reflexões. A versão de nove reflexões possui uma configuração opcional de célula de fluxo.

O FTIR Agilent 4500 DialPath é usado para rápidas análises químicas de líquidos em condições ambientes que exigem múltiplos caminhos óticos.

O sistema FTIR 4500t é um instrumento com base em acessório TumbllR projetado especificamente para análises de óleo no local. Este sistema funciona como ferramenta ideal para análise de óleo de geradores a diesel, parques eólicos, aplicações costeiras e marítimas.

Os sistemas estão equipados com uma interface de usuário de software intuitiva, de utilização simples e sem necessidade de treinamento técnico especializado. Com o toque de um botão, o sistema fornece informações valiosas sobre a identidade e a quantidade de substâncias químicas presentes em um material.



2. Noções básicas

Desembalar	7
Conectar a alimentação	10
Ligar o instrumento	14
Inicializar o software	15
Verificação de desempenho	16

Desembalar

Para desembalar o sistema de espectrômetro:

1. Após receber o FTIR Agilent série 4500, não abra imediatamente o pacote entregue. Em vez disso, coloque-o em um local com temperatura ambiente e deixe que se passem várias horas até que o conteúdo do pacote atinja também a temperatura ambiente. Isto é feito para se evitar condensação desnecessária nos componentes antes dos processos iniciais de configuração e instalação.
2. O pacote entregue deve conter os itens listados abaixo. Verifique cuidadosamente o pacote de forma a se certificar que todos os itens foram removidos. Certifique-se também de que todos os itens na lista do pacote abaixo foram entregues sem quaisquer danos e em boas condições de funcionamento. Entre em contato imediatamente com a Agilent caso quaisquer itens na entrega estejam danificados ou faltando.

NOTA Guarde todo o material original para armazenar, enviar e transportar o sistema no futuro.

3 Remova o sistema FTIR série 4500 da caixa de transporte e o coloque em uma superfície plana e estável. O instrumento deve ser mantido à distância de superfícies quentes e quaisquer fontes de interferência eletromagnética.

Lista de embalagem do FTIR Agilent 4500t

- Um sistema de espectrômetro de infravermelho médio FTIR Agilent 4500t, incluindo o acessório de amostragem TumbllR
- Um manual de operação do FTIR Agilent série 4500
- Um manual de operação do software MicroLab Agilent
- Um cabo de alimentação
- Um disco de instalação (necessário apenas como cópia de backup)
- Uma caixa de transporte

Opções

Embora o sistema de espectrômetro seja entregue em formato padrão, como mostrado acima (com o sistema de computador PDA), existem várias opções disponíveis, incluindo:

- Um laptop
- Kit surfactante
- Cabos adicionais

Lista de embalagem do FTIR Agilent 4500a

- Um sistema de espectrômetro de infravermelho médio FTIR Agilent 4500a, incluindo o acessório de amostragem apropriado
- Um manual de operação do FTIR Agilent série 4500
- Um manual de operação do software MicroLab Agilent

- Um cabo de alimentação
- Um disco de instalação (apenas para cópia de backup)
- Uma caixa de transporte

Opções

Embora o sistema de espectrômetro seja entregue em formato padrão, como mostrado acima (com o sistema de computador PDA), existem várias opções disponíveis, incluindo:

- Um laptop
- ATR de movimento único (inclui dispositivo de prensagem de amostra)
- ATR de 3 ou 9 movimentos
- Opção de célula de gás (versões de 15 e 50 mm)
- Cabos adicionais

Para transformar seu sistema FTIR 4500a em um acessório diferente, entre em contato com a Agilent.

Lista de embalagem do FTIR Agilent DialPath 4500

- Um sistema de espectrômetro de infravermelho médio FTIR Agilent DialPath 4500, incluindo o acessório DialPath
- Um manual de operação do FTIR Agilent série 4500
- Um manual de operação do software MicroLab Agilent
- Um cabo de alimentação
- Um disco de instalação (apenas para cópia de backup)
- Uma caixa de transporte

Opções

Embora o sistema de espectrômetro seja entregue em formato padrão, como mostrado acima (com o sistema de computador PDA), existem várias opções disponíveis, incluindo:

- Um laptop
- Cabos adicionais

Conectar a alimentação

Para conectar a fonte de alimentação ao sistema espectrômetro:

1. Antes de conectar o cabo à fonte de alimentação, insira o conector macho do cabo de alimentação no plugue de alimentação feminino localizado no canto esquerdo posterior do sistema espectrômetro.
2. Conecte a outra extremidade do cabo de alimentação à fonte de alimentação. A fonte de alimentação adequada para a sua região será fornecido com o sistema. Quando o sistema não está sendo usado em campo, mantenha-o plugado na alimentação CA local para garantir uma bateria completamente carregada (veja a Figura 1).

Figura 1. Conexão do cabo de alimentação

CUIDADO Para evitar que haja danos ou problemas com o início da alimentação de energia, primeiro conecte o cabo de alimentação no espectrômetro e depois na tomada.

CUIDADO Para evitar danos ao sistema causados por picos de energia ou falhas na alimentação, use sempre estabilizadores de tensão (régua) aprovados pela UL (ou órgão local competente) entre a tomada e o cabo de alimentação do sistema.

CUIDADO Todos os cabos devem ser mantidos à distância de áreas de alto tráfego. O sistema poderia suportar danos ao dispositivo ou adaptadores caso ocorresse tensão excessiva nas conexões do cabo de alimentação.

Assim que a energia CA for conectada, aparecerá no botão de energia localizado no lado direito frontal do painel superior uma cor vermelha sólida. Isto significa que a bateria está sendo carregada e o instrumento desligado.

NOTA O FTIR 4500t contém uma bateria de íon-lítio recarregável Molicel. A Agilent carregou completamente o sistema 4500t antes do envio, mas deve-se conectá-lo também em uma tomada quando não estiver em uso. A duração da bateria 4500t em uso contínuo é de aproximadamente 3,5 horas. Recomenda-se que a bateria seja recarregada na configuração inicial antes que o instrumento seja ligado.

Especificações da bateria de íon-lítio recarregável Molicel:

- Capacidade (nominal): 6600 mAh
- Tensão nominal: 11,1 V
- Energia: 73,2 Wh
- Tamanho: 149,5 x 89,3 x 20 mm (5,8 x 3,5 x 0,8 pol.)
- Peso: 480 g (1,1 lb.)

Especificações operacionais da bateria:

- Tensão de funcionamento: 12,6 a 9,0 V
- Tensão de carga: 12,6 V
- Tensão de corte: 7,5 V
- Faixa de temperatura:
  - Descarga: -20 a 60 °C (-4 a 140 °F)
  - Carga: 0 a 45 °C (32 a 113 °F)
- Corrente de descarga máxima: (contínua) 3,5 A
- Corrente de carga máxima: 3,5 A

Seleção do cabo de alimentação

Os seguintes cabos de alimentação podem ser utilizados:

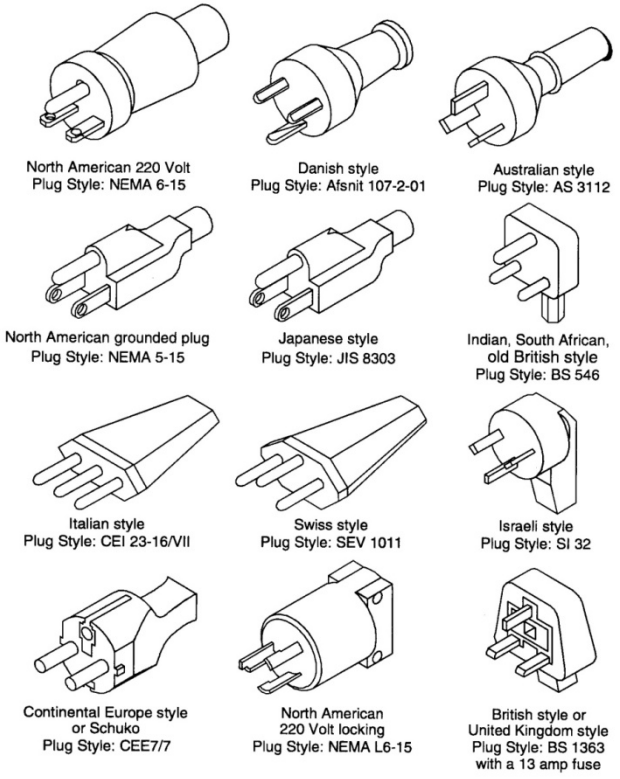


Figura 2. Cabos de alimentação compatíveis

Ligar o instrumento

Para ligar o instrumento:

1. Pressione e segure por 2 (dois) segundos o botão Liga/Desliga do sistema FTIR série 4500. Inicialmente, a luz piscará entre vermelho e verde enquanto o firmware estiver sendo carregado. Este processo deve levar menos de 30 segundos. Quando a luz LED estiver em verde sólido, o instrumento estará pronto para o uso.
2. O espectrômetro deve passar por um período de aquecimento de 5 minutos antes de se iniciar uma análise confiável.

Quando terminar de utilizar o instrumento, pressione o botão Liga/Desliga verde novamente para desligar o sistema. A luz LED então ficará vermelha.

Status de LED do botão Liga/Desliga

O botão Liga/Desliga contém um LED de duas cores. A cor exibida no LED indica o status do sistema. A tabela abaixo traz uma lista das cores de LED e o status do instrumento.

Tabela 1. Status de LED do botão Liga/Desliga

Status	Cor do LED	Ação (% - ciclo de serviço)
Sistema DESLIGADO	Sem iluminação de LED	Não disponível
Sistema DESLIGADO	Vermelho	100%
Inicialização do sistema	Vermelho/verde	Verde 0,5 s ligado / Vermelho 0,5 s ligado
Sistema LIGADO	Verde	100%
Bateria fraca	Verde	50% (0,5 s ligado / 0,5 s desligado)
Bateria muito baixa	Vermelho	50% (0,5 s ligado / 0,5 s desligado)
Sem bateria	Sem iluminação de LED	Não disponível
Atualização de firmware	Vermelho/verde	Luz verde pisca duas vezes rapidamente e então a luz vermelha pisca duas vezes rapidamente

CUIDADO O botão Liga/Desliga é um comutador momentâneo para evitar desligamento acidental. Para ligar ou desligar o sistema, pressione e segure o botão por 2 (dois) segundos.

Inicializar o software

Os sistemas FTIR série 4500 são fornecidos com o software Agilent MicroLab Mobile, o qual já foi instalado em seu computador portátil (PDA).

Além disso, há no sistema um atalho para o software Microlab Mobile localizado no menu Start.

Para abrir o software na execução inicial do espectrômetro, clique em **Start** na janela de exibição do computador. Clique então no ícone **MicroLab Mobile**. Isto executará o aplicativo do software MicroLab Mobile.

Fazer logon no MicroLab Mobile pela primeira vez

Como mencionado acima, os sistemas FTIR série 4500 são fornecidos com o software Agilent Microlab Mobile já instalados.

Além disso, há no sistema um atalho para o software Microlab Mobile localizado no menu Start.

Para iniciar o software, clique em **Start** e então no ícone **MicroLab Mobile**.

Quando o sistema é inicializado pela primeira vez, o software MicroLab Mobile automaticamente é carregado e uma splash screen aparece brevemente, mostrando informações sobre versão, direitos autorais e marca registrada. O software abrirá e exibirá uma tela de logon.

Para instruções detalhadas sobre o logon de software inicial e gerenciamento de usuário, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

Para mais informações sobre como adicionar um usuário ao sistema, além de outros procedimentos de configuração de software inicial, consulte o Manual de operação do MicroLab Software.

Verificação de desempenho

Os sistemas de espectrômetro FTIR série 4500 foram exaustivamente testados em fábrica, de forma que não é necessário realizar etapas de alinhamento. Contudo, recomenda-se executar inicialmente o teste de desempenho para se certificar de que o instrumento está funcionando adequadamente. Para executar e interpretar o teste de desempenho, consulte o Manual de operação do software MicroLab. O teste de desempenho mede o nível de energia do instrumento (com base na altura ou tensão do interferograma). Um círculo verde na parte de cima da tela do software indicará que o teste foi bem sucedido.
O aparelho está pronto para analisar uma amostra. Um círculo amarelo ou vermelho indica que o instrumento está operando fora dos parâmetros de fábrica. Estes parâmetros estão listados na página Advanced Features do software.

NOTA Se o círculo na parte de cima da tela do software estiver amarelo ou vermelho, entre em contato com o suporte técnico da Agilent para obter assistência.

Como qualquer dispositivo de medição, é importante se certificar de que o instrumento FTIR série 4500 está funcionando adequadamente antes de utilizar o sistema para realizar medições importantes.
O instrumento fornece valores de diagnóstico e testes de validação de desempenho a fim de demonstrar o funcionamento do sistema.
Os valores de diagnóstico oferecem uma avaliação rápida e de fácil entendimento sobre o funcionamento do instrumento. Caso o instrumento não esteja funcionando adequadamente, um dos valores de diagnóstico estará fora da especificação. Normalmente, o instrumento não permitirá a coleta de dados caso os valores de diagnóstico estejam fora da especificação. Os testes de validação de desempenho são mais extensos e envolvidos com a mensuração da qualidade do funcionamento do instrumento. Os testes listados como "Validação de desempenho" verificam a sensibilidade do instrumento (desempenho), estabilidade e precisão de frequência (calibração do laser).

Cada setor possui diferentes exigências para a verificação de instrumento. Em geral, os valores de diagnóstico deveriam ser verificados diária ou semanalmente. O instrumento não coletará dados se os valores de diagnóstico estiverem excessivamente fora de especificação, mas isso é recomendável para se assegurar de que o instrumento está funcionando adequadamente. A validação de desempenho deve ser executada de duas a quatro vezes por ano. Setores com alto número de regulamentos podem exigir que esta validação seja feita mensalmente, dependendo da utilização do instrumento. A validação de desempenho verifica os aspectos-chave da capacidade do instrumento em medir bem os dados. Se os testes da validação de desempenho estiverem dentro da especificação, os instrumentos fornecerão dados que funcionam bem com os métodos desenvolvidos para espectrômetro FTIR série 4500. No entanto, como em qualquer outro instrumento, os resultados podem sempre ser verificados por meio da execução de uma amostra conhecida com o método específico da amostra.

Valores de diagnóstico

Os valores a seguir podem também ser encontrados na página Diagnostics nos software MicroLab Mobile ou MicroLab PC. Estes valores podem ser utilizados para determinar se o instrumento está funcionando adequadamente. Podem ser utilizados diariamente a fim de determinar que o instrumento está funcionando como esperado. Em cada caso, o valor Optimal (ideal) indica que o sistema está operando em seu nível de desempenho esperado. Já o valor Marginal (marginal) indica que o instrumento ainda está operando, mas em um nível mais baixo de desempenho. Por fim, o valor Critical (crítico) indica que o sistema não está funcionando corretamente. Entre em contato com o suporte técnico da Agilent para obter assistência caso haja algum problema com seu instrumento.

Tabela 2. Valores de diagnóstico

Valor	Optimal (verde)	Marginal (amarelo)	Critical (vermelho)	Comentário
Energia (sinal de pico)	29.000–21.000	>29.000 ou <21.000	>31.000 ou <18.000	Indica o alinhamento geral e o ajuste de ganho adequado do sistema.
Vida útil da bateria	CA ou >30 min	30–5 min	<5 min	
Fonte	1,9 A	>2,2 ou <1,6	>2,5 ou <1,0	Indica um problema com a tensão de controle da fonte ou então que a fonte queimou. Tanto a tensão quanto a amperagem são exibidas; contudo, a amperagem já fornece um diagnóstico suficiente.
Sinal de laser	12.000–4.000	>12.000 ou <4.000	>15.000 ou <3.000	Pode verificar erros brutos de alinhamento mesmo se a tampa de refletância não estiver colocada.
Temperatura do detector	35–44	<35 ou >44	<30 ou >48	Indica um problema com o circuito de refrigeração ou uma temperatura ambiente acima do limite especificado.
Temperatura da CPU	10–75	>75	>80	Indica a temperatura ambiente acima do limite especificado.

Validação de desempenho

O software MicroLab PC possui três testes adequados para a validação de desempenho do instrumento. Estes testes podem ser acessados na página Advanced Features, System Check do software MicroLab PC. O sistema FTIR série 4500 deve ser aquecido por no mínimo 30 minutos antes de se conduzir quaisquer um destes testes. Tais testes podem ser executados por trimestre, semestre ou anualmente a fim de determinar que o instrumento está operando dentro de suas especificações.

Teste de desempenho (sinal a sinal)

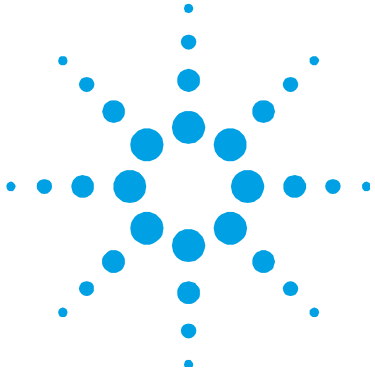
Este teste mede o nível de sinal a ruído em duas regiões do espectro de IV: 2500 cm^{-1} e 1000 cm^{-1}. O sinal a ruído é definido como a recíproca do ruído da média quadrática (RMS) na região definida para uma amostra em branco medida com um fundo preto. Tanto o fundo quanto a amostra são medidos a uma resolução de 4 cm^{-1} com um tempo de coleta de um minuto. Cada teste dura 2 minutos.
O usuário pode especificar o número de testes a serem conduzidos. São necessários no mínimo 10 testes coletados para que se obtenha uma demonstração precisa do desempenho.

Teste de estabilidade

Este teste mede a estabilidade a curto prazo em duas regiões do espectro: 3000 cm^{-1} e 1000 cm^{-1}. A estabilidade é uma mensuração das diferenças de linha de base observadas em um período de tempo selecionado. O teste mede um fundo no começo e então uma amostra a cada minuto ao longo da duração do teste, conforme especificado no campo "Number of minutes" no software. Os resultados do teste são mostrados como Transmitância - % (diferença versus 100%) do desvio máximo durante o teste de estabilidade.

Teste de calibração da frequência do laser

O teste de calibração da frequência do laser mede a precisão de frequência (eixo X). O teste é feito por meio da medição de um espectro de uma película de poliestireno. As frequências de absorção deste espectro são então comparados com as frequências definidas pela película de poliestireno NIST SRM 1921. O software permite que usuários de nível administrativo utilizem os resultados do teste para configurar a calibração do laser. As calibrações do laser devem ser configuradas apenas depois de uma consulta com um engenheiro de suporte técnico da Agilent. Para este teste, primeiramente um fundo é medido. Depois da coleta do fundo, um espectro de película de poliestireno é medido conforme instruído pelo software. A amostra de teste de poliestireno deve ser pressionada firmemente contra a interface de amostra de diamante durante a coleta de amostra.
A especificação está listada abaixo para cada interface de amostra.



3. Analisar amostras

Amostras de lubrificantes com o FTIR Agilent 4500t	21
FTIR Agilent 4500a com TumbIIR	26
FTIR Agilent 4500a com TumbIIR	31
FTIR Agilent 4500a com célula de gás	43
FTIR Agilent DialPath 4500	47

Amostras de lubrificantes com o FTIR Agilent 4500t

O instrumento FTIR Agilent 4500t é fornecido com uma interface de amostragem de óleo e lubrificação dedicada chamada TumbllR. Esta interface é um acessório de amostragem de transmissão de líquido patenteado, desenhado e fabricado exclusivamente pela Agilent a fim de aprimorar a análise das amostras de lubrificação. Ao comparar a TumbllR às células de líquido tradicionais para laboratórios analíticos em geral, nota-se que a TumbllR faz com que fique muito mais fácil preparar, carregar, analisar e limpar a amostra.

A TumbllR opera em dois modos: limpeza/carregamento de amostra e análise de amostra.

No modo de carregamento e limpeza de amostra, a TumbllR é girada de forma que a janela do acessório fique virada para cima (veja a Figura 3). É nesta posição que se pode acessar facilmente a área de montagem de amostra para colocar a amostra em seu lugar e limpar as superfícies de amostragem antes de se analisar a próxima amostra.

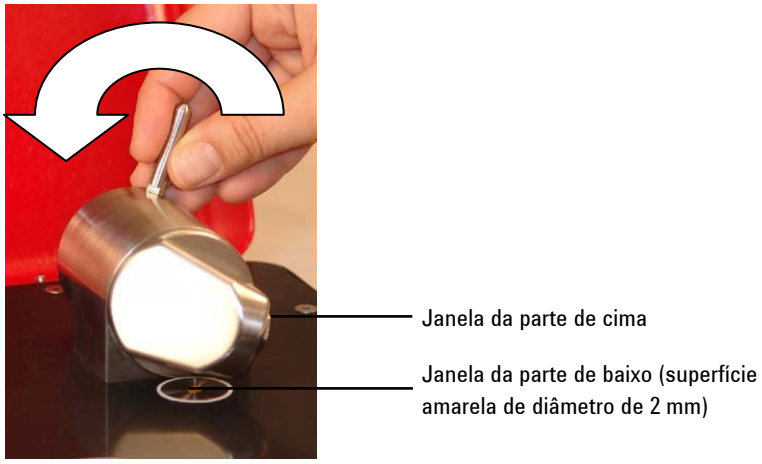


Figura 3. TumbIIR com a janela do acessório virada para cima

No modo de análise de amostra, a TumbIIR é girada de forma que a janela óptica do acessório fique virada para baixo na direção da área de montagem de amostra FTIR 4500t. Nesta posição, a energia de infravermelho (IR) passa entre a amostra, possibilitando a medição. Certifique-se de girar o braço da TumbIIR completamente até que ele alcance o detentor e encaixe em sua posição. Este detentor mantém o acessório imóvel durante a medição da amostra (veja a Figura 4).

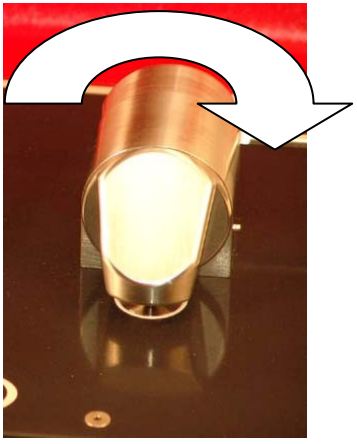


Figura 4. TumbIIR com a janela do acessório virada para baixo

Quando está em modo de análise de amostra, o caminho ótico é de 100 micrômetros, o que é ideal para análises de infravermelho médio de amostras de lubrificação. O alinhamento do acessório vem com a configuração de fábrica, de forma que ajustes não são necessários.

As etapas envolvidas na análise de uma amostra de lubrificante com o FTIR 4500t são:

1 Limpar as janelas da amostra.

2 Coletar um espectro de fundo.

3 Coletar um espectro de amostra.

Limpar o acessório TumbllR

Para limpar o acessório TumbllR:

1 Gire o braço da TumbllR de forma que o sensor ótico aponte para cima.

2 Limpe primeiro a janela da parte de cima e então limpe a janela de montagem da parte de baixo, conforme indicado na Figura 3.

NOTA Utilize apenas peças de algodão macio, como hastes de algodão, ou então um material substituto adequado para limpar o sensor óptico e área de amostragem.

CUIDADO As janelas são feitas de um material transmissor de IV chamado seleneto de zinco (ZnSe). O ZnSe é um material relativamente durável, mas pode facilmente ser riscado ou danificado caso seja aplicada muita pressão durante a limpeza ou se um material abrasivo for usado, tal como lenços para limpezas delicadas, como Kimwipes. Recomenda-se como material de limpeza as hastes de algodão umedecidas com acetona.

CUIDADO O ZnSe é relativamente resistente quimicamente a materiais com um pH entre 4 e 9; contudo, existem alguns materiais, tais como ácidos fortes ou materiais altamente básicos, que podem danificar o ZnSe. Evite permitir que materiais fora desta faixa de pH recomendada entrem em contato com a janela de ZnSe.

CUIDADO Não rompa o lacre do espectrômetro na tentativa de limpar superfícies interiores. A quebra do lacre inviabilizará a garantia.

Coletar um espectro de fundo

A fim de garantir a precisão da medição, recomenda-se que o sistema seja configurado no software para coletar um espectro de fundo antes da análise de cada amostra. Isto cria um perfil de base de linha das condições do sistema sem que haja uma amostra carregada no instrumento. A coleta automática de um fundo antes de cada medição de amostra pode evitar efeitos negativos causados por mudanças no ambiente.

Para instruções de software detalhadas para a coleta de um fundo, consulte o Manual de operação de software MicroLab.

CUIDADO Para garantir que um espectro de fundo preciso seja coletado, realize uma inspeção visual das superfícies de janela de ZnSe para verificar se há quaisquer manchas ou películas presentes nas janelas provenientes de amostras anteriores. Caso haja película, repita os procedimentos de limpeza mostrados acima até que as superfícies de janela estejam livres de quaisquer resíduos.

Medir uma amostra

Para aplicar uma amostra de lubrificante no sistema:

1. Abra o dispositivo de amostragem (TumblIR) rodando o braço em sentido anti-horário (veja a Figura 3).
2. A janela da parte de baixo deve estar visível neste ponto. Coloque uma pequena quantidade de material na janela de amostra localizada na placa de base do TumbllR. A janela da parte de baixo é o material amarelo de 2 mm de diâmetro retido pelo disco de metal ao seu redor.

3 Certifique-se de que a amostra cubra toda área de superfície da janela da parte de baixo (veja a Figura 5).

Figura 5. Aplique uma amostra na janela da parte de baixo da TumbllR

No caso de uma amostra volátil, como a análise de combustíveis, é possível aplicar grandes quantidades de amostra sem a preocupação de vazamento ou dano ao instrumento. Contudo, usar a menor quantidade possível de amostra facilitará o processo de limpeza.

Embora seja seguro trabalhar com uma variedade de amostras de lubrificação, incluindo soluções aquosas ou pastas altamente densas, tal como graxa, não se deve usar o acessório TumbllR com nenhuma amostra sólida, como lubrificante de grafite sólido. Usar a TumbllR com amostras sólidas danificará as janelas de ZnSe.

CUIDADO A janela de montagem de amostra e de acessório são feitas de ZnSe. Este material pode ser danificado por amostras com um pH abaixo de 4 e acima de 9. Faça a medição apenas de amostras com um pH entre 5 e 9.

CUIDADO As janelas de ZnSe podem facilmente ser arranhadas por amostras rígidas ou abrasivas. Evite utilizar amostras que possam arranhar a superfície das janelas.

CUIDADO Não abra seu sistema na tentativa de limpar superfícies interiores. Abrir seu sistema inviabilizará a garantia.

4 Feche o dispositivo girando o braço em sentido horário até que ele encaixe em sua posição (veja a Figura 4).

5 Clique no botão **NEXT** na tela do software para prosseguir com a análise, conforme mostrado abaixo.

6 Para instruções de software detalhadas sobre medição de uma amostra, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

7 Após completar a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório seguindo as instruções fornecidas abaixo. É importante se certificar de que ambas as janelas de montagem de amostra e a de acessório estejam livres de resíduos deixados pela amostra anterior.

8 Para instruções detalhadas de software sobre a revisão de resultados e o tratamento dos dados de amostra, consulte o Manual de operação do MicroLab Software.

FTIR Agilent 4500a com TumbllR

O instrumento FTIR Agilent 4500a pode ser fornecido com uma interface de amostragem dedicada chamada de acessório TumbllR. Esta interface é um acessório de amostragem de transmissão de líquido patenteado, desenhado e fabricado exclusivamente pela Agilent a fim de aprimorar a análise de amostras de líquido, pasta ou gel. Ao comparar a TumbllR às células de líquido tradicionais para laboratórios analíticos em geral, nota-se que a TumbllR faz com que fique muito mais fácil preparar, carregar, analisar e limpar a amostra.

A TumbllR opera em dois modos: limpeza/carregamento de amostra e análise de amostra.

No modo de carregamento e limpeza de amostra, a TumbllR é girada de forma que a janela do acessório fique virada para cima (veja a Figura 3). É nesta posição que se pode acessar facilmente a área de montagem de amostra para colocar a amostra em seu lugar e limpar as superfícies de amostragem antes de se analisar a próxima amostra.

No modo de análise de amostra, a TumbllR é girada de forma que a janela óptica do acessório fique virada para baixo na direção da área de montagem de amostra FTIR 4500a. Nesta posição, a energia de infravermelho (IR) passa entre a amostra, possibilitando a medição. Certifique-se de girar o braço da TumbllR completamente até que ele alcance o detentor e encaixe em sua posição. Este detentor mantém o acessório imóvel durante a medição da amostra (veja a Figura 4).

Quando está em modo de análise de amostra, o caminho ótico da TumbllR é de 100 micrômetros, o que é ideal para análises de infravermelho médio de amostras de líquido, pasta ou gel.
O alinhamento do acessório vem com a configuração de fábrica, de forma que ajustes não são necessários.

As etapas envolvidas com a análise de uma amostra no sistema FTIR 4500a com uma TumbllR são:

1 Limpar as janelas da amostra.

2 Coletar um espectro de fundo.

3 Coletar um espectro de amostra.

Limpar o acessório

Para limpar o acessório TumbllR:

1 Gire o braço da TumbllR de forma que o sensor ótico aponte para cima.

2 Limpe primeiro a janela da parte de cima e então limpe a janela da parte de baixo, conforme indicado na Figura 3.

NOTA Utilize apenas peças de algodão macio, como hastes de algodão, ou então um material substituto adequado para limpar o sensor óptico e área de amostragem.

CUIDADO As janelas são feitas de um material transmissor de IV chamado seleneto de zinco (ZnSe). O ZnSe é um material relativamente durável, mas pode facilmente ser riscado ou danificado caso seja aplicada muita pressão durante a limpeza ou se um material abrasivo for usado, tal como lenços para limpezas delicadas, como Kimwipes. Recomenda-se como material de limpeza as hastes de algodão umedecidas com acetona.

CUIDADO O ZnSe é relativamente resistente quimicamente a materiais com um pH entre 4 e 9; contudo, existem alguns materiais, tais como ácidos fortes ou materiais altamente básicos, que podem danificar o ZnSe. Evite permitir que materiais fora desta faixa de pH recomendada entrem em contato com a janela de ZnSe.

CUIDADO Não rompa o lacre do espectrômetro na tentativa de limpar superfícies interiores. A quebra do lacre inviabilizará a garantia.

Coletar um espectro de fundo

A fim de garantir a precisão da medição, recomenda-se que o sistema seja configurado no software para coletar um espectro de fundo antes da análise de cada amostra. Isto cria um perfil de base de linha das condições do sistema sem que haja uma amostra carregada no instrumento. A coleta automática de um fundo antes de cada medição de amostra pode evitar efeitos negativos causados por mudanças no ambiente.

Para instruções de software detalhadas para a coleta de um fundo, consulte o Manual de operação de software MicroLab.

CUIDADO Para garantir que um espectro de fundo preciso seja coletado, realize uma inspeção visual das superfícies de janela de ZnSe para verificar se há quaisquer manchas ou películas presentes nas janelas provenientes de amostras anteriores. Caso haja película, repita o procedimento de limpeza mostrado acima até que as superfícies de janela estejam livres de qualquer resíduo.

Medir uma amostra de líquido

Para aplicar uma amostra de líquido no sistema:

1. Abra o dispositivo de amostragem (TumblIR) rodando o braço em sentido anti-horário (veja a Figura 3).
2. A janela da parte de baixo deve estar visível neste ponto. Coloque uma pequena quantidade de material na janela da parte de baixo localizada na placa de base da TumbllR. A janela de amostra é o material amarelo de 2 mm de diâmetro retido pelo disco de metal ao seu redor.
3. Certifique-se de que a amostra cubra toda área de superfície da janela da parte de baixo (veja a Figura 5).

   No caso de uma amostra volátil, como a análise de combustíveis, é possível aplicar grandes quantidades de amostra sem a preocupação de vazamento ou dano ao instrumento. Contudo, usar a menor quantidade possível de amostra facilitará o processo de limpeza.

   Embora seja seguro trabalhar com uma variedade de amostras de líquidos, incluindo soluções aquosas ou pastas altamente densas, tais como graxa, não se deve usar a TumbllR com nenhuma amostra sólida ou em pó, como pastilhas. A utilização do acessório TumbllR com amostras sólidas danificará as janelas de ZnSe ou então modificará o caminho ótico de transmissão pré-configurado.

CUIDADO As janelas da parte de cima e de baixo são feitas de ZnSe. Este material pode ser danificado por amostras com um pH abaixo de 4 e acima de 9. Faça a medição apenas de amostras com um pH entre 5 e 9.

CUIDADO As janelas de ZnSe podem facilmente ser arranhadas por amostras rígidas ou abrasivas. Evite utilizar amostras que possam arranhar a superfície das janelas.

CUIDADO Não rompa o lacre do espectrômetro na tentativa de limpar superfícies interiores. A quebra do lacre inviabilizará a garantia.

O caminho ótico de transmissão ideal é algo importante a se considerar quando da utilização do acessório TumbllR para uma variedade de amostras de líquido. Uma vez que o caminho ótico do acessório TumbllR está pré-alinhado e fixado em 100 micrômetros, alguns tipos de amostra talvez não forneçam resultados ideais, tais como os materiais de alta absorção de IV.

4 Feche o dispositivo girando o braço em sentido horário até que ele encaixe em sua posição (veja a Figura 4).

5 Clique no botão **NEXT** na tela do software para prosseguir com a análise.

6 Para instruções de software detalhadas sobre medição de uma amostra, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

7 Após completar a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório seguindo as instruções fornecidas abaixo. É importante se certificar de que ambas as janelas da parte de cima e de baixo estejam livres de resíduos deixados pela amostra anterior.

8 Para instruções detalhadas de software sobre a revisão de resultados e o tratamento dos dados de amostra, consulte o Manual de operação do MicroLab Software.

FTIR Agilent 4500a com ATR

O instrumento FTIR Agilent 4500a pode ser fornecido com uma interface de amostragem dedicada chamada de acessório de refletância total atenuada (ATR). O ATR obtém vantagem das propriedades físicas da luz ao encontrar dois materiais com diferenças nos índices de refração. Ao entrar em contato com uma amostra com um diferente índice de refração, a luz infravermelha cria uma onda passageira, fornecendo uma profundidade de penetração bem pequena e específica na amostra, antes de ser refletiva de volta no detector do sistema FTIR 4500a. Este pequeno e consistente caminho ótico tem a vantagem de que não é necessária a preparação da amostra para a obtenção de bons resultados de medição em uma variedade de amostras. A chave para se obter bons resultados com um acessório ATR é fazer um bom contato entre a amostra e o cristal ATR do dispositivo de amostragem. A técnica ATR pode ser utilizada para a análise de líquidos, pastas, pós e até mesmo de algumas amostras sólidas.

Todos os acessórios ATR Agilent usam um cristal de diamante de tipo lla como a interface entre a amostra e a energia IV. O diamante tem a vantagem de ser extremamente rígido e ter resistividade química. O diamante aceita amostras com intervalos de pH entre 1 e 14, isto é, amostras rígidas ou abrasivas e até mesmo ácidos fortes podem ser analisados de maneira segura. A Agilent oferece três escolhas de acessórios de amostragem ATR: um sistema DuraDisk de uma, três e nove reflexões. O diamante é a substância com mais durabilidade em todo o mundo e o substrato de ZnSe é utilizado para se obter máximo sinal de IV.

O ATR de uma reflexão é mais indicado para amostras com alta absorção, tais como borracha, polímeros, tintas e fibras. Amostras sólidas e em pó são também mais bem medidas no ATR de uma reflexão por causa do dispositivo de prensagem de amostra que consegue aplicar alta pressão em tais amostras a fim de garantir um contato satisfatório com a superfície de amostragem de diamante. O ATR de uma reflexão é também uma boa escolha quando há uma quantidade limitada de amostra disponível. O diamante de uma reflexão tem uma superfície de amostragem com 1 mm de diâmetro e uma área ativa de 200 µm e fornece uma profundidade de penetração de 2 micrômetros para a energia IV a 1700 cm^{-1}. O ATR de uma reflexão fica de forma saliente ligeiramente acima da placa de montagem de metal.

O ATR de três reflexões é mais adequado para amostras líquidas com propriedades de absorção mais baixas de IV. O ATR de três reflexões tem uma superfície de amostragem com 2 mm de diâmetro e uma área ativa de 200 µm e fornece uma profundidade de penetração de 6 micrômetros para a energia IV a 1700 cm^{-1}. Este ATR é montado de modo nivelado com a placa de montagem de metal e não opera com um dispositivo de prensagem de amostra.

O ATR de nove reflexões é mais adequado para amostras líquidas mais exigentes com as propriedades de absorção de IV mais baixas. O ATR de nove reflexões tem a maior superfície de amostragem (6 mm de diâmetro) e uma área ativa de 2 mm e fornece aproximadamente uma profundidade de penetração efetiva de 12 micrômetros para a energia IV a 1700 cm^{-1}. Este ATR é montado ligeiramente embutido na placa de montagem de metal e não opera com um dispositivo de prensagem de amostra. Contudo, este dispositivo foi desenhado para acomodar um acessório opcional de célula de fluxo.

CUIDADO Embora o diamante seja um material bastante rígido, a janela ATR é relativamente fina e pode rachar quando em condições de pressão extrema. Certifique-se de que a amostra tenha contato com toda a área de superfície do diamante, em vez de apenas em um ponto. Evite utilizar a prensagem de amostra em materiais que podem ser cortantes ou pontiagudos.

No modo de carregamento e limpeza de amostra, o acessório de prensagem de amostra deve estar na posição mais alta, de forma que a ponta do acessório esteja bem acima da superfície de amostra da janela de diamante (veja a Figura 6). É nesta posição que se pode acessar facilmente a área de montagem de amostra para colocar a amostra em seu lugar e limpar as superfícies de amostragem antes de se analisar a próxima amostra.

NOTA Apenas a versão ATR de uma reflexão possui o dispositivo de prensagem de amostra.

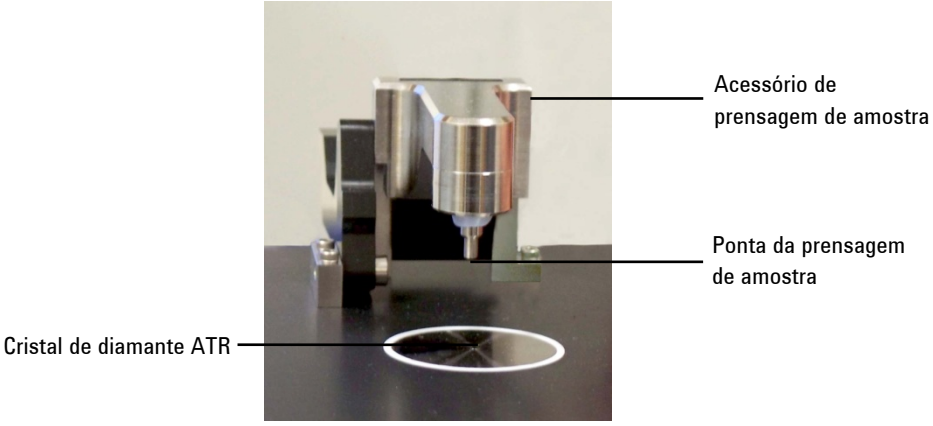


Figura 6. Acessório de prensagem da amostra na posição mais alta, permitindo fácil acesso para o carregamento e limpeza de amostra

No modo de análise de amostra, o acessório ATR de prensagem de amostra é baixado de forma que sua ponta entre em contato com a amostra. Nesta posição, é feito contato entre a amostra e a energia IV emitida da janela de diamante ATR (veja a Figura 7).

NOTA Se a amostra foi um líquido ou pasta, não há necessidade alguma de se usar o acessório de prensagem de amostra. Neste caso, já é possível prosseguir com a amostra. Apenas amostras de líquidos ou pastas devem ser utilizadas com o acessório ATR de três e nove reflexões.

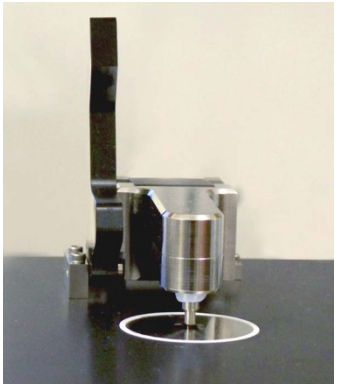


Figura 7. Acessório de prensagem de amostra abaixado para análise

Quando em modo de análise de amostra, o caminho ótimo de amostra ATR é ajustado com base no número de reflexões no ATR. O alinhamento do acessório também vem com a configuração de fábrica, de forma que ajustes ópticos ou mecânicos não são necessários.

As etapas envolvidas com a análise de uma amostra com o sistema FTIR 4500a e ATR são:

1. Limpar a janela de montagem de amostra ATR.
2. Coletar um espectro de fundo.
3. Coletar um espectro de amostra.

Limpar o acessório

Para limpar o acessório ATR:

1. Abra o acessório de prensagem de amostra ATR levantando o aparelho até que a ponta do acessório atinja o ponto mais alto do percurso.
2. Limpe primeiro a ponta do acessório de prensagem de amostra e depois a janela de montagem de amostra, conforme indicado na Figura 6.

NOTA Lenços como Kimwipes ou então um material substituto adequado (tais como hastes de algodão) devem ser usados para limpar o sensor e a área de amostragem. Limpe a interface de amostra e o acessório de prensagem com um solvente adequado, como a acetona, metanol, etanol ou álcool isopropílico.

CUIDADO Não rompa o lacre do espectrômetro na tentativa de limpar superfícies interiores. A quebra do lacre inviabilizará a garantia.

Coletar um espectro de fundo

A fim de garantir a precisão da medição, recomenda-se que o sistema seja configurado no software para coletar um espectro de fundo antes da análise de cada amostra. Isto cria um perfil de base de linha das condições do sistema sem que haja uma amostra carregada no instrumento. A coleta automática de um fundo antes de cada medição de amostra pode evitar efeitos negativos causados por mudanças no ambiente.

Para instruções de software detalhadas para a coleta de um fundo, consulte o Manual de operação de software MicroLab.

CUIDADO Para garantir que um espectro de fundo preciso seja coletado, realize uma inspeção visual da superfície de montagem de amostra de diamante ATR para verificar se há quaisquer manchas ou películas presentes no diamante provenientes de amostras anteriores. Caso haja película, repita o procedimento de limpeza mostrado acima até que a superfície do diamante esteja livre de qualquer resíduo.

Coletar um espectro de amostra

Para carregar uma amostra ATR no sistema:

1 Abra o acessório de prensagem de amostra recuando o braço o máximo possível, de forma que a ponta do acessório fique levemente acima da superfície de diamante ATR (veja a Figura 8).

Figura 8. Abertura do acessório de prensagem de amostra

2 A janela de amostragem de diamante deve estar visível neste ponto. Coloque uma pequena quantidade de material a ser medido no cristal de diamante ATR, O cristal é o material claro em forma de círculo retido pelo disco de metal ao seu redor.

3 Certifique-se de que a amostra está cobrindo toda a área da superfície do cristal de diamante.

No caso de uma amostra volátil, é possível aplicar grandes quantidades de amostra sem a preocupação de vazamento ou dano ao instrumento. Contudo, usar a menor quantidade possível de amostra facilitará o processo de limpeza.

CUIDADO As janelas de montagem de amostra e de acessório são feitas de diamante sintético tipo IIa, um material com altíssima resistência química. Apesar disso, ainda é possível que a placa de montagem de metal ou diamante sofra danos com amostras extremas. Faça apenas a medição de amostras com um pH entre 1 e 14. Não deixe que amostras extremamente ácidas permaneçam na placa de montagem de metal por longos períodos.

CUIDADO Embora o diamante seja um material bastante rígido, a janela ATR é relativamente fina e pode rachar quando em condições de pressão extrema. Certifique-se de que a amostra tenha contato com toda a área de superfície do diamante, em vez de apenas em um ponto. Evite utilizar a prensagem de amostra em materiais que podem ser cortantes ou pontiagudos.

CUIDADO Não abra seu sistema na tentativa de limpar superfícies interiores. Abrir seu sistema inviabilizará a garantia.

4 Se a amostra foi um líquido ou pasta, não há necessidade alguma de se usar o acessório de prensagem de amostra. Neste caso, já é possível prosseguir com a amostra.

NOTA Apenas amostras de líquidos ou pastas devem ser utilizadas com o acessório ATR de três e nove reflexões.

Se a amostra for de um material sólido ou em pó, será preciso que o acessório de prensagem entre em contato com ela. Para que seja feito contato, puxe o braço do acessório de prensagem de amostra até que ele atinja a posição do detentor (encaixe). A ponta do acessório com a mola carregada está configurada para aplicar 15 libras de força, considerando uma amostra com 0,03 pol. de espessura.

5 Clique no botão **NEXT** na tela do software para prosseguir com a análise.

6 Para instruções de software detalhadas sobre medição de uma amostra, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

7 Após completar a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório seguindo as instruções fornecidas abaixo. É importante se certificar de que ambas as janelas de montagem de amostra e a ponta do acessório (apenas para uma reflexão) estejam livres de resíduos deixados pela amostra anterior.

8 Para instruções detalhadas de software sobre a revisão de resultados e o tratamento dos dados de amostra, consulte o Manual de operação do MicroLab Software.

Acessório ATR de célula de fluxo de nove reflexões

O acessório Agilent ATR de nove reflexões é fornecido com um acessório de célula de fluxo (veja a Figura 9). Esta célula de fluxo não é exigida para a operação do ATR de nove reflexões; no entanto, ele pode ser útil em determinadas aplicações. A utilização mais comum deste acessório é para a medição de amostras voláteis. A sua montagem, quando usado em conjunto com os conectores Luer Lock, isola completamente a amostra do ambiente ao redor.

Dispositivo de prensagem da célula de fluxo
Acessório de célula de fluxo
TECHNOLOGIES
Estrutura de PTFE
Conexão de Luer Lock

Figura 9. Acessório ATR de célula de fluxo de nove reflexões

Além disso, o acessório pode ser utilizado para reduzir o tempo de manuseio da amostra ao fazer fluir grandes volumes ou múltiplas amostras pelo ATR, utilizando um sistema de bombeamento de baixa pressão, tal como uma bomba peristáltica (adquirida pelo usuário). O conjunto da célula de fluxo consiste no dispositivo de prensagem de célula de fluxo, a estrutura principal, 2 (dois) receptores e 2 duas conexões Luer Lock. A célula de fluxo fora da estrutura e as conexões são feitas de aço inoxidável 316, enquanto a estrutura interna em contato com a amostra é feita de PTFE, ambos com alta resistividade química (veja a Figura 9). Isto significa que quaisquer amostras de líquido usadas com o ATR também podem ser utilizadas com a célula de fluxo. As instruções para ambas as utilizações da célula de fluxo são mostradas abaixo.

Amostras voláteis

Para utilizar a célula de fluxo na medição de uma amostra volátil:

1. Siga as instruções na página 35 em "Limpar o acessório" e "Coletar um espectro de fundo".
2. Carregue rapidamente uma pequena quantidade de amostra na superfície ATR de diamante de nove reflexões (o material claro em forma de círculo retido pelo disco de metal ao seu redor). Certifique-se de que a amostra cubra toda a área da superfície do cristal de diamante. Contudo, usar a menor quantidade possível de amostra facilitará o processo de limpeza.
3. Quando a amostra estiver carregada no ATR, posicione imediatamente a estrutura da célula de fluxo em cima do ATR, alinhando a cavidade do ATR com a protusão circular de PTFE na parte de baixo da estrutura interna.
4. Gire em sentido anti-horário o parafuso alado do dispositivo de prensagem da célula de fluxo a fim de fornecer espaço para o encaixe na estrutura. Encaixe o dispositivo de prensagem de célula de fluxo na placa de base do FTIR 4500a e estrutura da célula de fluxo. Insira os dois dedos localizados na parte de baixo dos braços do acessório de prensagem nos slots da placa de base FTIR 4500a. Com uma mão, alinhe a ponta do parafuso com o centro do orifício de fixação da estrutura. Com a outra mão, aperte o parafuso em sentido horário até que a sua ponta entre na estrutura da célula de fluxo (ver a Figura 10). Continue até que o dispositivo de prensagem esteja bem apertado (normalmente, basta meia volta para tal assim que o contato inicial é feito com a estrutura). Tenha cuidado para não apertar demais, evitando que danos ocorram ao conjunto do acessório de prensagem.

Figura 10. Firmar o dispositivo de prensagem da célula de fluxo

Agora já é possível proceder com a análise.

NOTA Apenas amostras de líquidos ou pastas devem ser utilizadas com o acessório ATR de nove reflexões.

Grandes volumes de amostra

Para utilizar a célula de fluxo a fim de reduzir o tempo de manuseamento da amostra quando da medição de um grande volume de amostra:

1 Siga as instruções na página 35 em "Limpar o acessório" e "Coletar um espectro de fundo".

2 A célula de fluxo deve ser instalada primeiro para que então a amostra seja nela carregada com a utilização de seringas Luer Lock (adquiridas pelo usuário). Para instalar a célula de fluxo, gire em sentido anti-horário o parafuso alado do dispositivo de prensagem da célula de fluxo a fim de fornecer espaço para o encaixe na estrutura. Encaixe o dispositivo de prensagem de célula de fluxo na placa de base do FTIR 4500a e estrutura da célula de fluxo. Insira os dois dedos localizados na parte de baixo dos braços do acessório de prensagem nos slots da placa de base FTIR 4500a. Com uma mão, alinhe a ponta do parafuso com o centro do orifício de fixação da estrutura. Com a outra mão, aperte o parafuso em sentido horário até que a sua ponta entre na estrutura da célula de fluxo (ver a Figura 10). Continue até que o dispositivo de prensagem esteja bem apertado (normalmente, basta meia volta para tal assim que o contato inicial é feito com a estrutura). Tenha cuidado para não apertar demais, evitando que danos ocorram ao conjunto do acessório de prensagem.

3 Recomenda-se, embora não seja exigida, a utilização de duas (2) seringas para carregar a amostra na célula de fluxo. Uma seringa é preenchida com a amostra e a outra fica vazia, sendo utilizada para puxar a amostra até a célula de fluxo, criando uma condição de sucção a vácuo. Este procedimento reduz a pressão interna na célula de fluxo, além de minimizar o risco de vazamento da amostra. Certifique-se de injetar a quantidade suficiente de amostra para garantir que o material alcance e cubra toda área da superfície do cristal de diamante.

Agora já é possível proceder com a análise.

NOTA Apenas amostras de líquidos ou pastas devem ser utilizadas com o acessório ATR de nove reflexões.

4 Após completar a medida de amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório de célula de fluxo com um solvente injetado na célula usando seringas. Enfatizamos novamente os benefícios da utilização de duas seringas e do ato de agitar o solvente na célula de fluxo para obter o melhor processo de limpeza.

5 Assim que a célula de fluxo estiver limpa, repita as Etapas 3 e 4 até que toda a amostra tenha sido analisada.

Amostras múltiplas

Para utilizar a célula de fluxo a fim de reduzir o tempo de manuseamento da amostra quando da medição de múltiplas amostras:

1 Siga as instruções na página 35 em "Limpar o acessório" e "Coletar um espectro de fundo".

2 A célula de fluxo deve ser instalada primeiro para que então a amostra seja nela carregada com a utilização de um sistema de bombeamento de baixa pressão (adquirido pelo usuário). Para instalar a célula de fluxo, gire em sentido anti-horário o parafuso alado do dispositivo de prensagem da célula de fluxo a fim de fornecer espaço para o encaixe na estrutura. Encaixe o dispositivo de prensagem de célula de fluxo na placa de base do FTIR 4500a e estrutura da célula de fluxo. Insira os dois dedos localizados na parte de baixo dos braços do acessório de prensagem nos slots da placa de base FTIR 4500a. Com uma mão, alinhe a ponta do parafuso com o centro do orifício de fixação da estrutura. Com a outra mão, aperte o parafuso em sentido horário até que a sua ponta entre na estrutura da célula de fluxo (ver a Figura 10). Continue até que o dispositivo de prensagem esteja bem apertado (normalmente, basta meia volta para tal assim que o contato inicial é feito com a estrutura). Tenha cuidado para não apertar demais, evitando que danos ocorram ao conjunto do acessório de prensagem.

3 Será possível bombear a amostra na célula de fluxo assim que ela estiver instalada. Recomenda-se, embora não seja exigido, que um sistema com bomba peristáltica. Independente do sistema utilizado, a pressão na célula de fluxo não deve exceder 10 psi, para que assim se tenha uma operação adequada e se evite um possível vazamento da célula. Certifique-se de injetar a quantidade suficiente de amostra para garantir que o material alcance e cubra toda área da superfície do cristal de diamante. Recomenda-se também que seja feita uma medição em uma situação de fluxo parado. Medir a amostra em uma condição dinâmica pode levar a erros de medição por causa da possível presença de bolhas de ar e outras anomalias durante o processo de bombeamento.

   Agora já é possível proceder com a análise.

NOTA Apenas amostras de líquidos ou pastas devem ser utilizadas com o acessório ATR de nove reflexões.

4 Após completar a medida de amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório de célula de fluxo com um solvente injetado na célula usando seringas ou então bombeando automaticamente um solvente na célula. Enfatizamos novamente os benefícios de se agitar o solvente na célula de fluxo para obter o melhor processo de limpeza.

5 Assim que a célula de fluxo estiver limpa, repita as Etapas 3 e 4 até que todas as amostras tenham sido analisadas.

FTIR Agilent 4500a com célula de gás

O instrumento FTIR Agilent 4500a pode ser fornecido com uma interface de amostragem de célula de gás dedicada para a análise de gases. A célula de gás é um produto patenteado Agilent desenhado para fácil operação e manutenção. A célula é fornecida com janelas ópticas de seleneto de zinco (ZnSe), o que permite que gases com vapor de água sejam analisados sem perigo de danificar a célula de gás ou suas janelas.

A Agilent oferece duas escolhas de acessórios de amostragem de célula de gás: uma célula de gás com caminho ótico de 15 cm e 50 cm. Estas células são intercambiáveis pelo cliente e podem ser adquiridas juntas ou separadamente. Para mais detalhes. entre em contato com a Agilent.

Configuração inicial

O sistema FTIR 4500a vem com o acessório de célula de gás já instalado no espectrômetro.

Para preparar uma célula de gás para analisar uma amostra de gás:

1. Remova a estrutura da célula de gás e verifique se a interface de amostragem da célula de gás está limpa.
2. Utilizando uma mangueira pressurizada, limpe a interface de amostragem (veja a Figura 11). Esta área deve estar completamente livre de resíduos e poeira.

Figura 11. Limpar a interface de amostra

3 Encaixe de volta a célula de gás utilizando os indicadores de travas e setas. Gire em sentido contrário a célula de gás até que ela se fixe em sua posição (ver a Figura 12).

Figura 12. Encaixe da célula de gás

4 Rosqueie a mangueira de gás de purga no conector de entrada Swagelock e aperte-a na entrada da célula de gás (no lado direito da célula de gás, como mostrado na Figura 13). Recomenda-se que se conecte quaisquer gases de amostra ou purga no conector de entrada, de forma que o fluxo de gás seja da parte de baixo da célula para a parte de cima. Não acople a linha de gás de entrada de forma invertida (de trás pra frente).

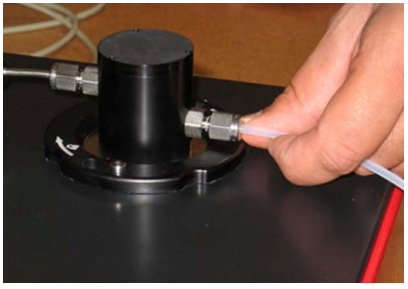


Figura 13. Encaixe da mangueira de gás de purga na entrada da célula de gás

5 Faça a purgação da célula utilizando ar seco ou gás nitrogênio. Colete um espectro de fundo. A célula de gás está agora pronta para ser utilizada com uma amostra real. Para obter informações detalhadas de software sobre a coleta de um pano de fundo, consulte o Manual de operação de software Microlab.

   Recomenda-se que se faça a purificação da célula de gás com um gás de referência de fundo apropriado para a obtenção de um espectro de fundo.

6 Para analisar uma amostra de gás, conecte a linha de fornecimento de amostra na entrada da célula de gás. Recomenda-se a utilização do sistema de válvula para a entrada e saída de exaustão para controlar e barrar o fluxo durante a medição. Ter este sistema trabalhando com a comutação entre o gás de amostra e o fundo evitará a necessidade de se conectar frequentemente as mangueiras na entrada da célula de gás. A tubulação de entrada e saída de gás é de responsabilidade do cliente.

7 Ao dar início ao fluxo de gás de amostra para dentro da célula de gás, abra imediatamente alguma válvula de saída de exaustão para auxiliar neste fluxo. Certifique-se de deixar passar tempo suficiente para que o volume de célula de gás seja completamente preenchido com o gás de amostra.

8 Assim que o gás de amostra tiver enchido a célula, recomenda-se que você interrompa o fluxo do contínuo do gás antes de começar a medição da coleta de dados (modo de fluxo parado).

9 Clique no botão **NEXT** na tela do software para prosseguir com a análise.

10 Para instruções de software detalhadas sobre medição de uma amostra, consulte o Manual do operação do software MicroLab.

Para instruções detalhadas de software sobre a revisão de resultados e o tratamento dos dados de amostra, consulte o Manual de operação do MicroLab Software.

CUIDADO Quando da análise de amostras de gases que são altamente voláteis, tome as devidas medidas de segurança. O transporte seguro do gás para a célula de gás e a sua exaustão do mesmo acessório são de responsabilidade do usuário.

CUIDADO O ZnSe é relativamente resistente quimicamente a materiais com um pH entre 4 e 9; contudo, existem alguns materiais, tais como ácidos fortes ou materiais altamente básicos, que podem danificar o ZnSe. Evite permitir que materiais fora desta faixa de pH recomendada entrem em contato com a janela de ZnSe.

AVISO

Perigo

Os sistemas FTIR 4500a com célula de gás são projetados e fabricados para suportar uma pressão MÁXIMA de 50 psi. Não trabalhe com pressões de gás de amostra ou referência acima deste nível. A falha em não seguir à risca este procedimento pode causar ferimentos no usuário e danos no equipamento.

FTIR Agilent 4500 DialPath

O instrumento FTIR Agilent 4500 DialPath é fornecido com uma interface de amostragem dedicada (DialPath), com base na mesma tecnologia do acessório TumbllR. O acessório DialPath utiliza o acessório de amostragem de transmissão de líquido da TumbllR patenteado, desenhado e fabricado exclusivamente pela Agilent a fim de aprimorar a análise de amostras de líquido, pasta ou gel. Quando comparado com células de líquido tradicionais para laboratórios de análise em geral, o acessório DialPath faz com que seja muito mais fácil preparar, carregar, analisar e limpar a amostra, ao mesmo tempo que proporciona ao usuário a flexibilidade de se escolher entre três caminhos óticos definidos em fábrica.

A DialPath opera em dois modos: limpeza/carregamento de amostra e análise de amostra.

No modo de carregamento e limpeza de amostra, a DialPath é girada de forma que a janela do acessório fique virada para cima (veja a Figura 14). É nesta posição que se pode acessar facilmente a área de montagem de amostra para colocar a amostra em seu lugar e limpar as superfícies de amostragem antes de se analisar a próxima amostra.

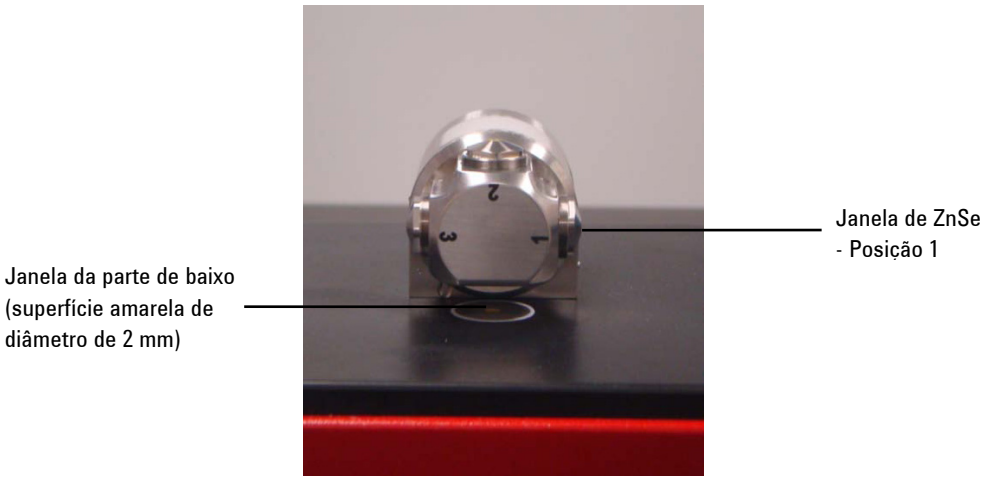


Figura 14. DialPath com a janela do acessório virada para cima

No modo de análise de amostra, a DialPath é girada de forma que a janela óptica do acessório fique virada para baixo na direção da área de montagem de amostra FTIR DialPath 4500. Nesta posição, a energia de infravermelho (IR) passa entre a amostra, possibilitando a medição. Certifique-se de girar o braço da DialPath completamente até que ele alcance o detentor e encaixe ou prenda em sua posição. Este detentor mantém o acessório imóvel durante a medição da amostra (veja a Figura 15).

NOTA A medição de fundo deve ser feita no mesmo caminho ótico que será usado para a amostra a ser medida.

Figura 15. Virar a DialPath de forma que a janela óptica do acessório fique virada para baixo

Quando está em modo de análise de amostra, o caminho ótico DialPath fica configurado com um valor em micrômetros pré-determinado e estabelecido em fábrica. O alinhamento do acessório vem com a configuração de fábrica, de forma que ajustes não são necessários.

As etapas envolvidas na análise de uma amostra com o FTIR DialPath 4500 são:

1 Limpar a janela da amostra.

2 Coletar um espectro de fundo.

3 Coletar um espectro de amostra.

Limpar o acessório DialPath

Gire o acessório DialPath de forma que o sensor óptico nº 2 aponte para cima. Limpe primeiro a janela da posição utilizada e então limpe a janela da parte de baixo, conforme indicado na Figura 14. Se estiver utilizando a Posição 2, você verá que é necessário limpar a Posição 3 ou a 1, dependendo da direção em que o acessório for girado.

NOTA Utilize apenas peças de algodão macio, como hastes de algodão, ou então um material substituto adequado para limpar o sensor óptico e área de amostragem.

CUIDADO As janelas são feitas de um material transmissor de IV chamado seleneto de zinco (ZnSe). O ZnSe é um material relativamente durável, mas pode facilmente ser riscado ou danificado caso seja aplicada muita pressão durante a limpeza ou se um material abrasivo for usado, tal como lenços para limpezas delicadas, como Kimwipes. Recomenda-se como material de limpeza as hastes de algodão umedecidas com acetona (ver a Figura 16).

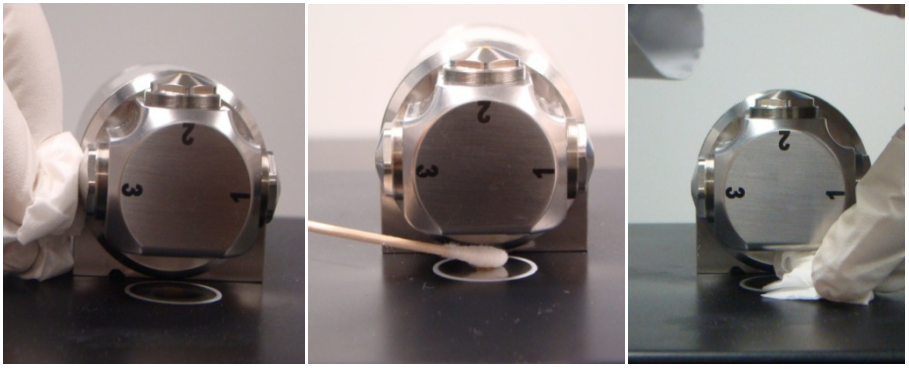


Figura 16. Limpar a janela em Posição 3 e o substrato da amostra

CUIDADO O ZnSe é relativamente resistente quimicamente a materiais com um pH entre 4 e 9; contudo, existem alguns materiais, tais como ácidos fortes ou materiais altamente básicos, que podem danificar o ZnSe. Evite permitir que materiais fora desta faixa de pH recomendada entrem em contato com o ZnSe.

CUIDADO Não rompa o lacre do espectrômetro na tentativa de limpar superfícies interiores. A quebra do lacre inviabilizará a garantia.

Coletar um espectro de fundo

A fim de garantir a precisão da medição, recomenda-se que o sistema seja configurado no software para coletar um espectro de fundo antes da análise de cada amostra. Isto cria um perfil de base de linha das condições do sistema sem que haja uma amostra carregada no instrumento. A coleta automática de um fundo antes de cada medição de amostra pode evitar efeitos negativos causados por mudanças no ambiente.

Para instruções de software detalhadas para a coleta de um fundo, consulte o Manual de operação de software MicroLab.

CUIDADO Para garantir que um espectro de fundo preciso seja coletado, realize uma inspeção visual das superfícies de janela de ZnSe para verificar se há quaisquer manchas ou películas presentes nas janelas provenientes de amostras anteriores. Caso haja película, repita o procedimento de limpeza mostrado acima até que as superfícies de janela estejam livres de qualquer resíduo.

Medir uma amostra de líquido

Para aplicar uma amostra de líquido no sistema:

1. Abra o dispositivo de amostragem (DialPath) rodando o braço (veja a Figura 14).
2. A janela da parte de baixo deve estar visível. Coloque uma pequena quantidade de material na janela da parte de baixo localizada na placa de base da DialPath. A janela de amostra é o material amarelo de 2 mm de diâmetro retido pelo disco de metal ao seu redor.
3. Certifique-se de que a amostra cubra toda a área de superfície da janela da parte de baixo (veja a Figura 17).

   No caso de uma amostra volátil, como a análise de combustíveis, é possível aplicar grandes quantidades de amostra sem a preocupação de vazamento ou dano ao instrumento. Contudo, usar a menor quantidade possível de amostra facilitará o processo de limpeza.

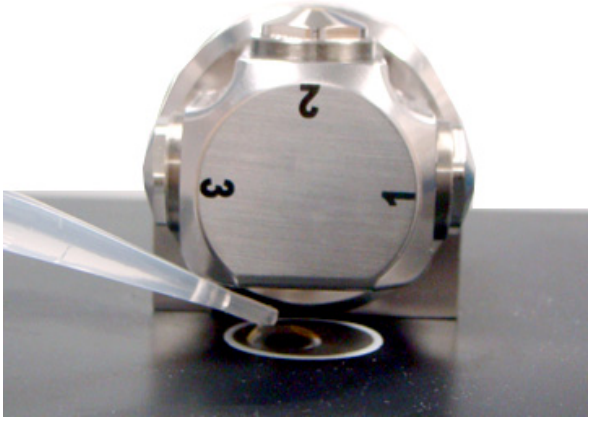


Figura 17. Aplicação de uma amostra na janela da parte de baixo da DialPath

Embora seja seguro trabalhar com uma variedade de amostras de líquido, incluindo soluções aquosas ou pastas altamente densas, tal como graxa, não se deve usar o acessório DialPath com nenhuma amostra sólida ou em pó, como pastilhas. A utilização do acessório DialPath com amostras sólidas danificará as janelas de ZnSe ou então modificará o caminho ótico de transmissão pré-configurado.

CUIDADO As janelas da parte de cima e de baixo são feitas de ZnSe. Este material pode ser danificado por amostras com um pH abaixo de 4 e acima de 9. Faça a medição apenas de amostras com um pH entre 4 e 9.

CUIDADO As janelas de ZnSe podem facilmente ser arranhadas por amostras rígidas ou abrasivas. Evite utilizar amostras que possam arranhar a superfície das janelas.

CUIDADO Não rompa o lacre do espectrômetro na tentativa de limpar superfícies interiores. A quebra do lacre inviabilizará a garantia.

O caminho ótico de transmissão ideal é algo importante a se considerar quando da utilização do acessório DialPath para uma variedade de amostras de líquido. Uma vez que os caminhos óticos do acessório DialPath estão pré-alinhados e fixados em 100 micrômetros, alguns tipos de amostra talvez não forneçam resultados ideais, tais como os materiais de alta absorção de IV.

4 Feche o dispositivo girando o braço em sentido horário até que ele encaixe em sua posição (veja a Figura 15).

5 Clique no botão **NEXT** na tela do software para prosseguir com a análise.

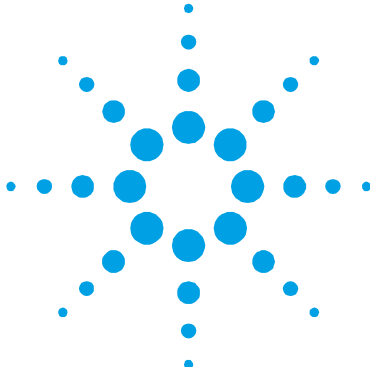
6 Para instruções de software detalhadas sobre medição de uma amostra, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

7 Após completar a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório seguindo as instruções fornecidas abaixo. Ressaltamos que é importante se certificar de que ambas as janelas da parte de cima e de baixo estejam sem quaisquer resíduos deixados por amostras anteriores, assim como as janelas adjacentes, a fim de minimizar problemas de contaminação cruzada.

8 Para obter instruções detalhadas sobre a revisão de resultados e o manuseamento de dados de amostra, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

Para obter instruções adicionais sobre a edição de métodos e revisão de dados utilizando o software MicroLab PC, consulte o Manual de operação de software MicroLab.

Esta página foi deixada em branco intencionalmente.

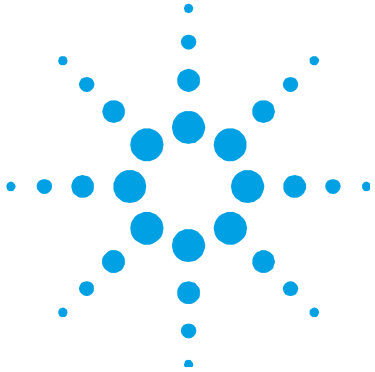


4. Peças sobressalentes

Número de peça	Descrição
430 - 0001	Fonte de alimentação FTIR Agilent série 4500
430 - 0018	Cabo USB para FTIR Agilent série 4500
800 - 2004	Bateria do PDA para substituição
800 - 2003	Estação de acoplamento do PDA (inclui cabos de energia e USB)

Para obter acessórios de amostragem, contratos de serviço e serviços de manutenção e restauração, entre em contato com a Agilent.

Esta página foi deixada em branco intencionalmente.



5. Especificações e informações de segurança

Especificações 57
Informações de segurança 58

Especificações

- **Geometria do interferômetro:** Interferômetro Michelson de alto rendimento com espelhos planos fixos e móveis
- **Separador de feixe padrão:** Seleneto de zinco
- **Resolução espectral máxima:** 4 cm^{-1}
- **Laser:** Estado sólido de baixa potência
- **Fonte do infravermelho:** Elemento helicoidal
- **Faixa espectral:** 4000 a 650 cm^{-1}
- **Detector:** dTGS de 1,3 mm de diâmetro, com refrigeração termoelétrica
- **Fonte de alimentação:** 100 a 240 V CA, 3 A, 50 a 60 Hz

Informações de segurança

AVISO

Perigo com o laser
Os sistemas FTIR Agilent série 4500 contêm um laser em estado sólido de baixa potência necessário para a operação. O laser emite radiação e pode causar danos aos olhos. Não olhe para o feixe de laser.

Compatibilidade eletromagnética

EN55011/CISPR11

Equipamento ISM - Grupo 1: o Grupo 1 contém todos os equipamentos ISM nos quais há energia de radiofrequência acoplada e utilizada de forma condutora ou intencionalmente gerada, a qual é necessária para o funcionamento interno do próprio equipamento.

Os equipamentos de Classe A são indicados para utilização em todos os ambientes não domésticos e aqueles diretamente conectados a uma rede de alimentação de energia de baixa tensão que alimenta prédios utilizados para fins domésticos.

Este dispositivo está de acordo com as normas CISPR11, Grupo 1, Classe A, como um equipamento profissional de radiação. Portanto, pode haver dificuldades potenciais para garantir a compatibilidade eletromagnética em outros ambientes por causa de distúrbios conduzidos e irradiados.

A operação está sujeita às duas condições exibidas abaixo:

1 Esse dispositivo não pode causar interferência prejudicial.

2 Esse dispositivo deve aceitar as interferências recebidas, inclusive interferência que possa causar operação indesejada.

Se esse equipamento causar interferência prejudicial na recepção de sinais de rádio e televisão, o que pode ser observado ao se ligar e desligar o equipamento, recomendamos que o usuário tome uma ou mais das seguintes medidas:

1. Mude de lugar o rádio ou a antena.
2. Afaste o dispositivo do rádio ou da televisão.
3. Ligue o dispositivo em outra tomada elétrica, para que o dispositivo fique em um circuito elétrico diferente de onde está o rádio ou a televisão.
4. Confira se todos os dispositivos periféricos também obedecem a certificações.
5. Verifique se estão sendo usados cabos adequados para conectar o dispositivo ao equipamento periférico.
6. Consulte o revendedor do equipamento, a Agilent Technologies, ou um técnico experiente para obter assistência.
7. Modificações que não tenham sido expressamente aprovadas pela Agilent Technologies podem anular a autoridade do usuário para operar o equipamento.

Esta página foi deixada em branco intencionalmente.